# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

06-065758

(43)Date of publication of application: 08.03.1994

(51)Int.Cl.

C23C 26/00

(21)Application number: 04-241214

(71)Applicant: MURAKAWA MASAO

**TAKEUCHI SADAO** 

MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing:

18.08.1992

(72)Inventor:

**MURAKAWA MASAO TAKEUCHI SADAO** 

# (54) SUBSTRATE FOR FORMING GASEOUS PHASE SYNTHETIC DIAMOND FILM AND ITS PRODUCTION (57)Abstract:

PURPOSE: To provide the substrate for forming gaseous phase synthetic diamond film and the production thereof. CONSTITUTION: (1) The substrate for forming gaseous phase synthetic diamond film whose surface is covered in an embedded state with the hyperfine particle diamond powder having 30-100Å average grain diameter. (2) Production of the substrate for forming gaseous phase synthetic diamond film in which the grinded surface of the substrate is ground by ultrasonic wave in a sol. in which the hyperfine particle diamond powder having 30-100Å average grain diameter is allowed to floated and dispersed. (3) Production of the substrate for forming gaseous phase synthetic diamond film in which the ground surface of the substrate is rubbed with the hyperfine particle diamond powder having 30-100Å average grain diameter.

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平6-65758

(43)公開日 平成6年(1994)3月8日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号 庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

C 2 3 C 26/00

C

審査請求 未請求 請求項の数3(全 5 頁)

(21)出願番号

特願平4-241214

(22)出願日

平成 4年(1992) 8月18日

特許法第30条第1項適用申請有り 平成4年3月5日 社団法人精密工学会発行の「1992年度精密工学会春季大 会学術講演会講演論文集第3分冊」に発表 (71)出願人 390041313

村川 正夫

埼玉県南埼玉郡白岡町新白岡3-4-5

(71)出願人 592193281

竹内 貞雄

埼玉県浦和市元町2-1-2 元町シティ

-803

(71)出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72)発明者 村川 正夫

埼玉県南埼玉郡白岡町新白岡3-4-5

(74)代理人 弁理士 富田 和夫 (外1名)

最終頁に続く

# (54) 【発明の名称 】 気相合成ダイヤモンド膜形成用基体およびその製造法

# (57)【要約】

【目的】 気相合成ダイヤモンド膜形成用基体およびその製造方法に関する。

【構成】(1)基体表面に平均粒径:30~100オングストロームの範囲内にある超微粒ダイヤモンド粉末が埋め込まれた状態で被覆されている気相合成ダイヤモンド膜形成用基体。

- (2)表面研磨された基体を平均粒径:30~100オングストロームの範囲内にある超微粒ダイヤモンド粉末が浮遊分散した溶液中で超音波研磨処理する気相合成ダイヤモンド膜形成用基体の製造法。
- (3)表面研磨された基体を平均粒径:30~100オングストロームの範囲内にある超微粒ダイヤモンド粉末を用いて摩擦する気相合成ダイヤモンド膜形成用基体の製造法。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基体表面に平均粒径:30~100オン グストロームの範囲内にある超微粒ダイヤモンド粉末が 埋め込まれた状態で被覆されていることを特徴とする気 相合成ダイヤモンド膜形成用基体。

【請求項2】 表面研磨された基体を平均粒径:30~ 100オングストロームの範囲内にある超微粒ダイヤモ ンド粉末が浮遊分散した溶液中で超音波研磨処理するこ とを特徴とする気相合成ダイヤモンド膜形成用基体の製 浩法。

【請求項3】 表面研磨された基体を平均粒径:30~ 100オングストロームの範囲内にある超微粒ダイヤモ ンド粉末を用いて摩擦することを特徴とする気相合成ダ イヤモンド膜形成用基体の製造法。

# 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【産業上の利用分野】この発明は、気相合成ダイヤモン ド膜形成用基体およびその基体を製造する方法に関する ものである。

#### [0002]

【従来の技術】近年、超硬合金、サーメット、ゼミック スなどの切削工具の表面に気相合成ダイヤモンド膜を形 成し、AlまたはAl合金の切削するための気相合成ダ イヤモンド膜被覆切削工具として用いられるようになっ てきた。この気相合成ダイヤモンド膜は、一般に、研磨 され、化学エッチングされた切削工具を基体とし、その 基体表面をダイヤモンド粉末が浮遊分散した溶液中で超 音波研磨処理し、かかる通常の超音波研磨処理された基 体の表面に通常の気合成法によりダイヤモンド膜を析出 生成させることにより作製されることも知られている (例えば、特開昭60-86096号公報参照)。

## [0003]

【発明が解決しようとする課題】しかし、前記超音波研 磨処理した切削工具などの基体表面に生成される核生成 密度は十分でなく、核生成密度が高いほど気相合成ダイ ヤモンド膜の付着強度が向上することが知られている が、前記通常の超音波研磨処理した基体表面に生成され る核生成密度は 1 平方センチメートル当り 1 × 1 0 <sup>™</sup> 個 が限界であり、かかる程度の核生成密度では十分な気相 合成ダイヤモンド膜の付着強度は得られない。

## [0004]

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者は、切 削工具などの基体表面に生成される気相合成ダイヤモン ド膜の付着強度を一層向上させるべく研究を行った結 果、平均粒径が30~100オングストローム、好まし くは平均粒径:40~60オングストロームの範囲内に ある超微粒ダイヤモンド粉末を用いて切削工具などの基 体表面を超音波研磨処理または摩擦処理した基体の表面 に気相合成ダイヤモンド膜を形成すると、初期核生成密 度が高く、したがって、付着強度の優れた気相合成ダイ ヤモンド膜が形成され、この気相合成ダイヤモンド膜被 覆切削工具を用いて切削すると従来よりも気相合成ダイ ヤモンド膜が長時間剥離することなく切削することがで きる、という知見を得たのである。

【0005】この発明は、かかる知見に基づいてなされ たものであって、

- (1) 基体表面に平均粒径:30~100オングスト ロームの範囲内にある超微粒ダイヤモンド粉末が埋め込 まれた状態で被覆されている気相合成ダイヤモンド膜形 10 成用基体、
  - (2) 表面研磨された基体を平均粒径:30~100 オングストロームの範囲内にある超微粒ダイヤモンド粉 末が浮遊分散した溶液中で超音波研磨処理する気相合成 ダイヤモンド膜形成用基体の製造法、
  - (3) 表面研磨された基体を平均粒径:30~100 オングストロームの範囲内にある超微粒ダイヤモンド粉 末を用いて摩擦する気相合成ダイヤモンド膜形成用基体 の製造法、

に特徴を有するものである。

【0006】前記平均粒径:30~100オングストロ ームの範囲内にある超微粒ダイヤモンド粉末を用いて超 音波研磨処理または摩擦処理すると、切削工具などの基 体の表面に大きな傷が付くことなくダイヤモンド核生成 に効果的な歪みを加えることができると同時に基体表面 の細かな凹凸に超微粒ダイヤモンド粉末が入り込み被覆 され、ダイヤモンド膜の気相合成に際し、前記入り込ん だ超微粒ダイヤモンド粉末が核発生の起点となり核生成 密度を高めることができると考えられ、かかる処理した 基体表面に、気相合成法によりダイヤモンド膜の析出生 30 成させると、付着強度のに優れた気相合成ダイヤモンド 膜が形成されると考えられる。

【0007】この発明で用いる超微粒ダイヤモンド粉末 は、不活性雰囲気内において爆発させ、炭素をダイヤモ ンドに合成することによって製造され、球体、楕円体な どの球に近い形状を示し、その平均粒径は30~100 オングストローム、特に平均粒径:40~60オングス トロームの範囲内にあるのが好ましい。前記丸形状超微 粒ダイヤモンド粉末の平均粒径を30~100オングス トロームに限定した理由は、平均粒径が30オングスト ローム未満では、微細すぎて効率的に基体表面を超音波 研磨処理または摩擦処理してもダイヤモンド核生成に十 分な歪みを表面に加えることができないと同時に核発生 の起点となる核生成密度を十分に高めることができず、 一方、100オングストロームを越えると、大きな傷が 残ると同時にかえって核生成密度が低下することによる ものである。

[0008]

# 【実施例】

## 実施例1

表面を機械研磨した表面粗さが1S以下の超硬合金製チ

ップを用意し、爆発法によって製造された表1に示され る平均粒径の丸形状超微粒ダイヤモンド粉末が浮遊分散 しているアセトン超音波研磨液に浸漬し、1 M H z の超 音波をかけて超硬合金製チップ表面を超音波研磨し、本 発明気相合成ダイヤモンド膜形成用超硬合金製基体(以 下、本発明基体という) 1~5および比較気相合成ダイ ヤモンド膜形成用超硬合金製基体(以下、比較基体とい う) 1~2を作製した。

【0009】前記超音波研磨した本発明基体1~5およ び比較基体1~2の表面を電子顕微鏡で観察したとこ ろ、丸形状超微粒ダイヤモンド粉末が本発明基体1~5 および比較基体1~2の表面に埋め込まれた状態で存在 していた。

【0010】この本発明基体1~5および比較基体1~ 2を金属Wフィラメントを備えた石英製反応容器に装入 L.

雰囲気圧力:30Torr、

基体温度 : 750℃、

反応ガス :メタンガス/水素ガス=1.0%の混合ガ ス、

の条件で気相合成反応を行い、平均層厚: 10 μ mの気 相合成ダイヤモンド膜を被覆したダイヤモンド被覆超硬 合金製チップ1~7を作製した。

【0011】従来例1

\*実施例1で用意した表面粗さが1S以下の超硬合金製チ ップを、平均粒径:15μmの通常の超高圧合成法で製 造された角形状超微粒ダイヤモンド粉末が浮遊分散して いるアセトン超音波研磨液に浸漬し、1MHzの超音波 をかけて超音波研磨し、従来気相合成ダイヤモンド膜形 成用基体(以下、従来基体という) 1を作製した。この 従来基体1の表面を電子顕微鏡で観察したところ、角形 状超微粒ダイヤモンド粉末は観察されなかった。この従 来基体 1 を実施例 1 と同じ条件の気相合成法により平均 10 層厚: 1 0 μ mのダイヤモンド被覆超硬合金製チップ8 を作製した。

【0012】前記ダイヤモンド被覆超硬合金製チップ1 ~8を用い、

被削材 : 18% Si-Al合金(A390-T6)

切削速度: 3 3 0 m/m i n :0.08mm/rev 送り

切り込み: 0.6 mm

潤滑油 :なし

の条件で連続切削試験を行ない、ダイヤモンド被覆超硬 20 合金製チップ1~8の表面に形成された気相合成ダイヤ モンド膜が剥離するまでの時間を測定し、その測定結果 を表1に示した。

[0013]

【表1】

種別		使用基体	超微粒ダイヤモンド粉 末の平均粒径 (オン グストローム)	気相合成ダイヤモ ンド膜が剥離する までの時間(分)
ダイヤモン ド被覆超硬 合金製チッ プ	1	本発明基体 1	40 (丸形状)	3 5
	2	本発明基体 2	50 (丸形状)	4 0
	3	本発明基体3	60 (丸形状)	3 5
	4	本発明基体4	30 (丸形状)	3 0
	5	本発明基体 5	100 (丸形状)	3 0
	6	比較基体1	*20 (丸形状)	15
	7	比較基体 2	*110 (丸形状)	1 5
:	8	従来基体1	15μm (角形状)	1 0

(\*印は、この発明の範囲外の値を示す。)

【0014】表1に示される結果から、平均粒径が30 ~100オングストロームの丸形状超微粒ダイヤモンド 粉末を用い、超音波研磨して得られた本発明基体1~5 を用いて作製したダイヤモンド被覆超硬合金製チップ1 50 わかる。しかし、この発明の範囲外の丸形状超微粒ダイ

~5は、従来基体1用いて作製したダイヤモンド被覆超 硬合金製チップ8に比べて気相合成ダイヤモンド膜が剥 離することなく長時間切削を行なうことができることが

ヤモンド粉末を用いて作製された基体によるダイヤモン ド被覆超硬合金製チップ6および7は、気相合成ダイヤ モンド膜が剥離することなく切削できる時間は少し短く なることが分かる。

## 【0015】実施例2

表面を機械研磨した表面粗さが1S以下のセラミックス 製チップを用意し、このセラミックス製チップを爆発法 によって製造され表2に示される平均粒径の丸形状超微 粒ダイヤモンド粉末によりセラミックス製チップ表面を 摩擦し、本発明基体6~10および比較基体3~4を作 10 製した。

【0016】得られた本発明基体6~10および比較基 体3~4を実施例1で使用した金属Wフィラメントを備 えた石英製反応容器に装入し、

雰囲気圧力: 30 Torr、

基体温度 :800℃、

反応ガス :メタンガス/水素ガス=1.0%の混合ガ

ス、

の条件で気相合成反応を行い、平均層厚:10μmの気 相合成ダイヤモンド膜を被覆したダイヤモンド被覆セラ\*20

\*ミックス製チップ8~15を作製した。

# 【0017】従来例2

実施例2で用意した表面粗さが1S以下のセラミックス 製チップを、従来例1で用意した角形状超微粒ダイヤモ ンド粉末により摩擦し、従来基体2を作製し、この従来 基体2を実施例2と同じ条件の気相合成法により平均層 厚:10μmの気相合成ダイヤモンド膜を被覆したダイ ヤモンド被覆セラミックス製チップ16を作製した。

6

【0018】前記ダイヤモンド被覆超硬合金製チップお よびダイヤモンド被覆セラミックス製チップを用い、

被削材 : 18%Si-Al合金(A390-T6)

切削速度: 3 3 0 m/m i n 送り :0. 08mm∕rev

切り込み: 0.6 mm

潤滑油 :なし

の条件で連続切削試験を行ない、気相合成ダイヤモンド 膜が剥離するまでの時間を測定し、その測定結果を表2 に示した。

[0019]

【表2】

種別		使用基体	超微粒ダイヤモンド粉 末の平均粒径 (オン グストローム)	
<b>ダ</b> イヤモン ド被 <b>覆</b> 超硬 合金製チッ プ	9	本発明基体 6	40 (丸形状)	4 0
	10	本発明基体7	50 (丸形状)	4 5
	11	本発明基体8	60 (丸形状)	4 0
	12	本発明基体 9	30 (丸形状)	3 5
	13	本発明基体10	100 (丸形状)	3 5
	14	比較基体3	*20 (丸形状)	15
	15	比較基体4	*110 (丸形状)	15
	16	従来基体 2	8 µm (角形状)	1 0

## (\*印は、この発明の範囲外の値を示す。)

【0020】表2に示される結果から、平均粒径が30 ~100オングストロームの丸形状超微粒ダイヤモンド 粉末を用い、摩擦して得られた本発明基体6~10を用 いて作製したダイヤモンド被覆超硬合金製チップ9~1 3は、従来基体2用いて作製したダイヤモンド被覆超硬 合金製チップ16に比べて気相合成ダイヤモンド膜が剥 離することなく長時間切削を行なうことができることが わかる。しかし、この発明の範囲外の丸形状超微粒ダイ 50 相合成ダイヤモンド膜は従来基体の表面に形成された気

ヤモンド粉末を用いて作製された基体によるダイヤモン ド被覆超硬合金製チップ14および15は、気相合成ダ イヤモンド膜が剥離することなく切削できる時間は少し 短くなることが分かる。

## [0021]

【発明の効果】表1および表2に示された結果から、同 じ条件で切削試験しても本発明基体表面に形成された気

相合成ダイヤモンド膜よりも剥離するまでの時間が長いところから、本発明基体の表面に形成された気相合成ダイヤモンド膜の付着強度は、従来基体の表面に形成された気相合成ダイヤモンド膜の付着強度よりも優れていることが分かる。

\*【0022】したがって、この発明は従来よりも気相合成ダイヤモンド膜に対する付着強度の優れた基体を提供することができ、使用寿命長い切削工具などを提供することができ、産業上優れた効果がある。

フロントページの続き

(72)発明者 竹内 貞雄 埼玉県浦和市元町 2 - 1 - 2 元町シティ - 803